(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) **EP 1 307 526 B1**

(12) **FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

(45) Date de publication et mention de la délivrance du brevet:
10.03.2010 Bulletin 2010/10

(21) Numéro de dépôt: **01958156.0**

(22) Date de dépôt: **23.07.2001**

(51) Int Cl.:
C10G 65/04 *(2006.01)* ***C10G 65/08*** *(2006.01)*

(86) Numéro de dépôt international:
PCT/FR2001/002390

(87) Numéro de publication internationale:
WO 2002/008363 (31.01.2002 Gazette 2002/05)

(54) PROCEDE FLEXIBLE DE PRODUCTION DE BASES HUILES ET DE DISTILLATS MOYENS A PARTIR DE CHARGE CONTENANT DES HETEROATOMES

VEFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON BASISÖLEN UND VON MITTELDESTILLATEN AUS EINEM HETEROATOMHALTIGEN EINSATZ

FLEXIBLE METHOD FOR PRODUCING OIL BASES AND DISTILLATES FROM FEEDSTOCK CONTAINING HETEROATOMS

(84) Etats contractants désignés:
DE ES IT NL

(30) Priorité: **26.07.2000 FR 0009812**

(43) Date de publication de la demande:
07.05.2003 Bulletin 2003/19

(73) Titulaire: **Institut Français du Pétrole**
92852 Rueil-Malmaison Cedex (FR)

(72) Inventeurs:
- **BENAZZI, Eric**
  F-78400 Chatou (FR)
- **GUERET, Christophe**
  F-69560 Saint Romain en Gal (FR)
- **MARION, Pierre**
  F-92160 Antony (FR)
- **BILLON, Alain**
  F-78110 le Vesinet (FR)

(56) Documents cités:
FR-A- 2 217 407
US-A- 4 592 828
US-A- 4 699 707
US-A- 4 747 932
US-A- 5 976 354
US-A- 6 071 402

Remarques:
Le dossier contient des informations techniques présentées postérieurement au dépôt de la demande et ne figurant pas dans le présent fascicule.

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la publication de la mention de la délivrance du brevet européen au Bulletin européen des brevets, toute personne peut faire opposition à ce brevet auprès de l'Office européen des brevets, conformément au règlement d'exécution. L'opposition n'est réputée formée qu'après le paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

EP 1 307 526 B1

Printed by Jouve, 75001 PARIS (FR)

Description

[0001] La présente invention décrit un procédé amélioré de fabrication d'huiles de base de très haute qualité c'est à dire possédant un haut indice de viscosité (VI), une faible teneur en aromatiques, une bonne stabilité UV et un faible point d'écoulement, à partir de coupes pétrolières ayant un point initial d'ébullition supérieur à 340°C, avec éventuellement simultanément la production de distillats moyens (gasoils, kérosène notamment) de très haute qualité, c'est-à-dire possédant une faible teneur en aromatiques et un faible point d'écoulement.

[0002] Plus précisément, l'invention concerne un procédé flexible de production de base d'huiles et de distillats moyens à partir d'une charge contenant des hétéroatomes (par ex. N, S, O... et de préférence dépourvue de métaux), c'est-à-dire contenant plus de 200ppm pds d'azote et plus de 500ppm pds de soufre. Le procédé comprend au moins une étape d'hydroraffinage, au moins une étape de déparaffinage catalytique sur zéolithe et au moins une étape d'hydrofinition.

Art antérieur

[0003] Le brevet US-5, 976, 354 décrit un procédé de production d'huiles comprenant ces 3 étapes.

[0004] La première étape réalise la déazotation et la désulfuration de la charge en présence d'un catalyseur à base de métal non noble des groupes VIII et/ou VI B et de support alumine où silice-alumine, les catalyseurs préférés étant préparés par imprégnation du support préformé.

L'effluent obtenu, après strippage des gaz, est traité dans l'étape de déparaffinage catalytique sur catalyseur à base de zéolithe ZSM-5, ZSM-35 ou de tamis moléculaire type SAPO, le catalyseur contenant également au moins un métal catalytique hydrogénant. Le procédé se termine par une étape d'hydrofinition pour réaliser la saturation des aromatiques à l'aide d'un catalyseur comprenant des oxydes Pt et Pd sur alumine, ou bien à l'aide d'un catalyseur préféré à base de zéolithe Y.

[0005] Dans une communication de D.V. Law au 7th Refinery Technology Meeting de Bombay, 6-8 décembre 1993, un procédé de production d'huiles et de distillats moyens est décrit.

[0006] Il comprend une première étape d'hydrocraquage réalisant une déazotation, un craquage des composants à bas VI (indice de viscosité) et un réarrangement (saturation d'aromatiques, ouverture de cycle naphténique) produisant des composés à haut VI.

Cette étape est conduite en présence d'un catalyseur de type cogel présentant une forte dispersion uniforme en élément hydrogénant et une distribution unique des tailles de pores. De tels catalyseurs sont dits nettement supérieurs aux catalyseurs obtenus par imprégnation du support Un exemple est le catalyseur ICR106. L'effluent obtenu est distillé, les coupes naphta, jet fuel, diesel sont séparées ainsi que les gaz, et les fractions restantes (neutra oils et bright stock) sont traitées en déparaffinage catalytique.

[0007] Dans cette étape est réalisée une isomérisation des n-paraffines sur un catalyseur ICR 404. Le procédé se termine également par une étape d'hydrofinition.

[0008] Autre information n'est donnée sur la mise en oeuvre des étapes de déparaffinage et d'hydrofinition. Il est indiqué que le VI de l'huile finale augmente selon la teneur en cire de la charge et selon la sévérité de l'hydrocraquage.

[0009] Le brevet US 4,699,707 décrit un procédé permettant de produire des bases huiles à partir d'une charge particulière de type "shale oil". Le procédé met en oeuvre successivement des étapes d'hydrotraitement de déparaffinage catalytique et d'hydrogénation. Dans l'étape de déparaffinage catalytique, le catalyseur mis en oeuvre est à base de silicalite ou de zéolithe de type ZSM-5.

Objet de l'invention

[0010] La demanderesse a porté ses efforts de recherche sur la mise au points d'un procédé amélioré de fabrication d'huiles lubrifiantes et notamment d'huiles de très haute qualité.

La présente invention porte donc sur un enchaînement de procédés pour la fabrication conjointe d'huiles de bases de très haute qualité et de distillats moyens (gasoils notamment) de très haute qualité, à partir de coupes pétrolières ayant un point initial d'ébullition supérieur à 340°C. Les huiles obtenues possèdent un haut indice de viscosité VI, une faible teneur en aromatiques, une faible volatilité, une bonne stabilité UV et un faible point d'écoulement.

La présente demande propose un procédé alternatif aux procédés de l'art antérieur qui, par un choix particulier des catalyseurs et des conditions, permet de produire des huiles et des distillats moyens de bonne qualité, dans des conditions douces et avec des durées de cycle importantes.

En particulier et contrairement aux enchaînements de procédé usuels ou issus de l'état de l'art antérieur, ce procédé n'est pas limité dans la qualité des produits huiles qu'il permet d'obtenir ; en particulier, un choix judicieux des conditions opératoires permet d'obtenir des huiles blanches médicinales (c'est à dire d'excellentes qualités).

[0011] L'objet de la demande est défini dans le libéllé des revendications indépendentes.

[0012] Les revendications dépendentes contiennent des caractéristiques additionelles de l'invention.

[0013] Plus précisément, l'invention concerne un procédé pour la production d'huiles et de distillats moyens à partir d'une charge contenant plus de 200ppm poids d'azote et plus de 500ppm poids de soufre, et dont au moins 20 % volume bout au-dessus de 340°C, la charge est choisie dans le groupe formé par les distillats sous vide issus de distillation directe du brut ou d'unités de

conversion, les résidus d'hydrocraquage, les distillats sous vide provenant de désulfuration ou d'hydroconversion de résidus atomosphériques ou de résidus sous vide les huiles désasphaltées ou leurs mélanges, comportant les étapes suivantes:

(a) hydroraffinage de la charge, réalisé à une température de 330°-450°C, sous une pression de 5-25 MPa, avec une vitesse spatiale de 0,1-10h^{-1} en présence d'hydrogène dans le rapport volumétrique hydrogène/hydrocarbure de 100-2000, et en présence d'un catalyseur amorphe comprenant un support et au moins un métal non-noble du groupe VIII, au moins un métal du groupe VI B, et au moins un élément dopant choisi dans le groupe formé par le phosphore, le bore et le silicium,

(b) à partir de l'effluent obtenu dans l'étape (a) séparation d'au moins les gaz et les composés à point d'ébullition inférieur à 150°C, incluant facultativement une distillation sous vide,

(c) déparaffinage catalytique d'une partie au moins de l'effluent à l'issue de l'étape (b) et qui contient des composés à point d'ébullition supérieur à 340°C, réalisé à une température de 200-500°C, sous une pression totale de 1-25MPa, avec une vitesse volumique horaire de 0.054-50h^{-1}, avec 50-20001 d'hydrogène/l de charge, et en présence d'un catalyseurs comprenant au moins un élément hydro-déshydrogénant et au moins un tamis moléculaire, choisi dans le groupe des zéolithes formé par Ferrierite, NU-10, EU-13, EU-1, ZSM-48,

(d) hydrofinition d'une partie au moins de l'effluent issu de l'étape (c) réalisé à une température de 180-400°C, sous une pression de 1-25MPa, avec une vitesse volumique horaire de 0,05-100h^{-1}, en présence de 50-20001 d'hydrogène/l de charge, et en présence d'un catalyseur amorphe pour l'hydrogénation des aromatiques comprenant au moins un métal hydro-déshydrogénant et au moins un halogène.

(e) séparation de l'effluent obtenu dans l'étape (d) pour obtenir au moins une fraction huile, ladite séparation incluant une distillation sous vide.

[0014] Généralement l'effluent issu du traitement d'hydrofinition est soumis à une étape de distillation comprenant une distillation atmosphérique et une distillation sous vide de façon à séparer au moins une fraction huile à point initial d'ébullition supérieur à 340°C, et qui de préférence, présente un point d'écoulement inférieur à -10°C, une teneur pondérale en composés aromatiques inférieure à 2 %, et un VI supérieur à 95, une viscosité à 100°C d'au moins 3cSt (soit 3mm^2/s) et de façon à séparer éventuellement au moins une fraction distillat moyen de préférence, présentant un point d'écoulement inférieur ou égal -10°C et de préférence -20°C, une teneur en aromatiques d'au plus 2 % pds et une teneur en polyaromatiques d'au plus 1 % poids.

Description détaillée de l'invention

[0015] Le procédé selon l'invention comprend les étapes suivantes :

Etape (a) : Hydroraffinage

[0016] La charge hydrocarbonée à partir de laquelle les huiles et éventuellement, les distillats moyens de haute qualité, sont obtenus contient au moins 20% volume bouillant au-dessus de 340°C.

[0017] Des charges très variées peuvent donc être traitées par le procédé.

[0018] La charge peut être par exemple des distillats sous vide issus de la distillation directe du brut ou d'unités de conversion telles que le FCC, le coker ou la viscoréduction, ou provenant de désulfuration ou d'hydroconversion de RAT (résidus atmosphériques) et/ou de RSV (résidus sous vide), des résidus d'hydrocraquage ou encore la charge peut être une huile désasphaltée, ou encore tout mélange des charges précédemment citées. La liste ci-dessus n'est pas limitative. En général, les charges convenant pour l'objectif huiles ont un point initial d'ébullition supérieur à 340°C, et mieux encore supérieur à 370°C.

[0019] La teneur en azote de la charge est généralement supérieure à 200ppm poids, de préférence supérieure à 400 ppm poids et de manière encore plus préférée supérieure à 500 ppm poids. La teneur soufre de la charge est généralement supérieure à 500ppm poids et le plus souvent supérieure à 1% poids.

[0020] La charge, comprenant éventuellement un mélange des charges précédemment citées, est dans un premier temps soumise à un hydroraffinage, durant lequel, elle est mise en contact, en présence d'hydrogène, avec au moins un catalyseur comportant un support amorphe et au moins un métal ayant une fonction hydrodéshydrogénante assurée par exemple par au moins un élément du groupe VI B et au moins un élément du groupe VIII, à une température comprise entre 330 et 450°C, de préférence 360-420°C, sous une pression comprise entre 5 et 25 Mpa, de préférence inférieure à 20Mpa, la vitesse spatiale étant comprise entre 0,1 et 10 h^{-1} et avantageusement entre 0,1 et 6 h^{-1}, de préférence entre 0,3-3h^{-1}, et la quantité d'hydrogène introduite est telle que le rapport volumique hydrogène/hydrocarbure soit compris entre 100 et 2000.

[0021] Au cours de la première étampe, l'emploi d'un catalyseur privilégiant l'hydrogénation par rapport au craquage, utilisé dans des conditions thermodynamiques et cinétiques appropriées, permet une réduction importante de la teneur en hydrocarbures aromatiques polycycliques condensés. Dans ces conditions, la majeure partie des produits azotés et soufrés de la charge sont également transformés. Cette opération permet donc d'éliminer en grande partie deux types de composés ; les composés aromatiques et les composés azotés organiques initialement présents dans la charge.

[0022] Compte tenu de la présence de soufre et d'azote organiques présents dans la charge le catalyseur de l'étape (a) va fonctionner en présence de quantités non négligeables de NH_3 et d'H_2S provenant respectivement de l'hydrodéazotation et de l'hydrodésulfuration des composés azotés organiques et soufrés organiques présents dans la charge.

[0023] Dans cette première étape qui réalise une hydrodéazotation, une hydrodésulfuration, une hydrogénation des aromatiques et un craquage de la charge à traiter, la charge est purifiée tout en permettant simultanément d'ajuster les propriétés de la base huile à la sortie de cette première étape en fonction de la qualité de la base huile que l'on veut obtenir en sortie du procédé. Avantageusement, on pourra effectuer ce réglage en jouant sur la nature et la qualité du catalyseur utilisé dans la première étape et/ou sur la température de cette première étape, de manière à élever le craquage et donc l'indice de viscosité de la base huile. Si on considère la fraction de point initial d'ébullition supérieur à 340°C (voire 370°C), à la sortie de cette étape, son indice de viscosité obtenu après déparaffinage au solvant (méthylisobutyl cétone) à environ -20°C, est de préférence compris entre 80 et 150, et mieux entre 90 et 140, voire 90 et 135. Pour obtenir de tels indices, en général la conversion de la charge en produits de craquage, à points d'ébullition inférieurs à 340°C (voir 370°C) est au plus égale à environ 60% poids, voire au plus 50% poids.

[0024] Le support généralement est à base de (de préférence est constitué essentiellement) d'alumine ou de silice-alumine amorphe ; il peut également renfermer de l'oxyde de bore, de la magnésie, de la zircone, de l'oxyde de titane ou une combinaison de ces oxydes. De préférence, le support est acide. La fonction hydro-déshydrogénanté est remplie de préférence par au moins un métal ou composé de métal des groupes VIII et VI de préférence choisi(s) parmi ; molybdène, tungstène, nickel et cobalt.

[0025] Ce catalyseur pourra contenir avantageusement au moins un élément compris dans l'ensemble formé par les éléments phosphore, bore et silicium.

[0026] Les catalyseurs préférés sont les catalyseurs NiMo et/ou NiW sur alumine, également les catalyseurs NiMo et/ou NiW sur alumine dopée avec au moins un élément compris dans le groupe des atomes formés par le phosphore, le bore, le silicium, ou encore les catalyseurs NiMo et/ou NiW sur silice-alumine, ou sur silice-alumine-oxyde de titane dopés par au moins un élément compris dans le groupe des atomes formés par le phosphore, le bore et le silicium.

[0027] Les catalyseurs encore plus préférés sont ceux contenant du phosphore, ceux contenant du phosphore et du bore, ceux contenant du phosphore, du bore et silicium, ainsi que ceux contenant du bore et du silicium. Les catalyseurs qui conviennent pour la mise en oeuvre du procédé selon l'invention peuvent également avantageusement contenir au moins un élément du groupe V B (Niobium par exemple) et/ou moins un élément du groupe VII A (fluor par exemple) et/ou au moins un élément du groupe VII B (rhénium, manganèse par exemple).

[0028] De préférence, le phosphore, bore, silicium sont introduits en tant qu'élément promoteur.

[0029] L'élément promoteur et, en particulier le silicium introduit sur le support selon l'invention, est principalement localisé sur la matrice du support et peut-être caractérisé par des techniques telles que la microsonde de Castaing (profil de répartition des divers éléments), la microscopie électronique par transmission couplée à une analyse X des composants du catalyseur, ou bien encore par l'établissement une cartographie de répartition des éléments présents dans le catalyseur par microsonde électronique. Ces analyses locales vont fournir la localisation des divers éléments, en particulier la localisation de l'élément promoteur, notamment la localisation de la silice amorphe due à l'introduction du silicium sur la matrice du support. La localisation du silicium dans la charpente de la zéolithe contenue dans le support est aussi révélée. Par ailleurs, une estimation quantitative des teneurs locales en silicium et autres éléments peut-être effectuée.

D'autre part, la RMN du solide du ^{29}Si à rotation à l'angle magique est une technique qui permet de détecter la présence de silice amorphe introduite dans le catalyseur.

[0030] La concentration totale en oxydes de métaux des groupes VIB (W, Mo préférés) et VIII (Co, Ni préférés) est comprise entre 1-40%, voire 5 et 40% en poids et de préférence entre 7 et 30% et le rapport pondéral exprimé en oxyde métallique entre métal (ou métaux) du groupe VIB sur métal (ou métaux) du groupe VIII est de préférence compris entre 20 et 1.25 et encore plus préféré entre 10 et 2. La teneur du catalyseur en élément dopant est d'au moins 0,1% poids et est inférieur à 60%. La teneur du catalyseur en phosphore (oxyde) est généralement d'au plus 20% pds, de préférence de 0,1-15%, la teneur en bore (oxyde) est généralement d'au plus 20% pds, de préférence de 0,1-15%, et la teneur en silicium (oxydé et hors matrice) est généralement d'au plus 20% pds, de préférence 0,1-15%.

[0031] La teneur du catalyseur en élément du Groupe VII A est d'au plus 20% pds, de préférence de 0,1-15%, la teneur en élément du Groupe VII B est d'au plus 50% pds, de préférence de 0,01-30% et la teneur en élément du Groupe V B d'au plus 60%pds, de préférence 0,1-40%.

[0032] Ainsi des catalyseurs avantageux selon l'invention contiennent au moins un élément choisi parmi Co et Ni, au moins un élément choisi parmi Mo et W, et au moins un élément dopant choisi parmi P, B, Si, lesdits éléments étant déposés sur un support.

D'autres catalyseurs préférés contiennent comme éléments dopants du phosphore et du bore déposés sur un support à base d'alumine.

D'autres catalyseurs préférés contiennent comme éléments dopants du bore et du silicium déposés sur un support à base d'alumine.

[0033] D'autres catalyseurs préférés contiennent également du phosphore, en plus du bore et/ou du silicium. De préférence, tous ces catalyseurs contiennent au moins un élément du GVIII choisi parmi Co et Ni, et au moins un élément du GVIB choisi parmi W et Mo.

Etape (b) : Etape de séparation des produits formés

[0034] L'effluent obtenu à l'issue de cette première étape est envoyé (étape b) à un train de séparation comprenant un moyen de séparation des gaz (par exemple un séparateur gaz-liquide) permettant de séparer les gaz tels que l'hydrogène, l'hydrogène sulfuré (H_2S), l'ammoniac (NH_3) formés, ainsi que les hydrocarbures gazeux jusqu'à 4 atomes de carbone. On récupère alors au moins un effluent contenant les produits à point d'ébullition supérieur à 340°C.

[0035] Avantageusement, après la séparation gaz-liquide, l'effluent subi une séparation des composés à point d'ébullition inférieur à 150°C (essence), généralement réalisée par strippage et/ou distillation atmosphérique.

De préférence, l'étape (b) de séparation se termine par une distillation sous vide.

[0036] Le train de séparation peut donc être réalisé de différentes manières.

Il peut par exemple comporter un strippeur pour séparer l'essence formée lors de l'étape (a) et l'effluent résultant est envoyé dans une colonne distillation sous vide pour récupérer au moins une fraction huile et également les distillats moyens.

[0037] Dans un autre mode de réalisation, le train de séparation peut comporter avant la distillation sous vide, une distillation atmosphérique de l'effluent issu du séparateur ou du strippeur.

Au niveau de la distillation atmosphérique, il est récupéré au moins une fraction distillat moyen. Au moins une fraction essence est obtenue au niveau du strippeur ou de la distillation atmosphérique. Le résidu de distillation atmosphérique est envoyé en distillation sous vide.

La distillation sous vide permet d'obtenir la ou les fractions huiles de grades différents selon les besoins de l'exploitant.

[0038] Il est ainsi obtenu au moins une fraction huile dont le point initial d'ébullition est supérieur à 340°C, et mieux supérieure à 370°C, ou encore 380°C, ou encore 400°C.

[0039] Cette fraction possède, après déparaffinage au solvant (méthyl-isobutyl cétoine) à environ -20°C, un VI d'au moins 80 et généralement compris entre 80 et 150 et de mieux entre 90 et 140, voire 90 et 135.

[0040] Selon l'invention, cette fraction (résidu) sera ensuite traitée seule ou en mélange avec une ou plusieurs autres fractions dans l'étape de déparaffinage catalytique.

[0041] L'étape (a) conduit aussi à la production de composés ayant des points d'ébullitions inférieurs qui peuvent être avantageusement récupérés lors de l'étape (b) de séparation. Ils comprennent au moins une coupe essence et au moins une coupe distillat moyen (par exemple 150-380°) qui présente généralement un point d'écoulement inférieur à -20°C et un indice de cétane supérieur à 48.

[0042] Dans un autre mode de réalisation plus axé sur un objectif de production de distillats moyens à très faible point d'écoulement, le point de coupe est abaissé, et par exemple au lieu de couper à 340°C, on pourra par exemple inclure les gasoils et éventuellement les kérosènes dans la fraction contenant les composés bouillant au-dessus de 340°C. Par exemple on obtient une fraction à point initial d'ébullition initial d'au moins 150°C. Cette fraction sera alors envoyée en déparaffinage.

[0043] D'une façon générale, on appelle dans ce texte distillats moyens, la (les) fraction(s) à point d'ébullition initial d'au moins 150°C et final allant jusqu'avant l'huile (le résidu), c'est-à-dire généralement jusqu'a 340°C, ou de préférence à environ 380°C.

Etape (c) : Hydrodéparaffinage catalytique (HDPC)

[0044] Au moins une fraction contenant les composés bouillant au-dessus de 340°C, telle que définie ci-dessus, issue de l'étape (b) est alors soumise seule ou en mélange avec d'autres fractions issues de l'enchaînement des étapes (a) et (b) du procédé selon l'invention, à une étape de déparaffinage catalytique en présence d'hydrogène et d'un catalyseur d'hydrodéparaffinage comportant une fonction acide et une fonction métallique hydro-déshydrogénante et au moins une matrice.

[0045] Notons que les composés bouillant au-dessus de 340°C sont de préférence toujours soumis au déparaffinage catalytique, quel que soit le mode de séparation choisi dans l'étape (b).

[0046] La fonction acide est assurée par au moins un tamis moléculaire dont le système microporeux présente au moins un type principal de canaux dont les ouvertures sont formées d'anneaux qui contiennent 10 ou 9 atomes T. Les atomes T sont les atomes tétraédriques constitutifs du tamis moléculaire et peuvent être au moins un des éléments contenus dans l'ensemble suivant des atomes (Si, Al, P, B, Ti, Fe, Ga). Dans les anneaux constitutifs des ouvertures de canaux, les atomes T, définis précédemment, alternent avec un nombre égal d'atomes d'oxygène. Il est donc équivalent de dire que les ouvertures sont formées d'anneaux qui contiennent 10 ou 9 atomes d'oxygène ou formées d'anneaux qui contiennent 10 ou 9 atomes T.

[0047] Le tamis moléculaire entrant dans la composition du catalyseur d'hydrodéparaffinage peut aussi comporter d'autres types de canaux mais dont les ouvertures sont formées d'anneaux qui contiennent moins de 10 atomes T ou atomes d'oxygène.

[0048] Le tamis moléculaire entrant dans la composition du catalyseur possède en outre une largeur de pont, distance entre deux ouvertures de pores, telle que définie précédemment, qui est d'au plus 0,75 nm (1 nm =10^{-9}

m) de préférence comprise entre 0,50 nm et 0,75 nm, de manière encore plus préférée entre 0,52 nm et 0,73 nm.

[0049] La mesure de largeur de pont est réalisée en utilisant un outil de graphisme et de modélisation moléculaire tel que Hyperchem ou Biosym, qui permet de construire la surface des tamis moléculaires en question et, en tenant compte des rayons ioniques des éléments présents dans la charpente du tamis, de mesurer la largeur de pont.

[0050] Le catalyseur convenant pour ce procédé est caractérisé par un test catalytique dit test standard de transformation du n-décane pur qui est réalisé sous une pression partielle de 450 kPa d'hydrogène et une pression partielle de n-C_{10} de 1,2 kPa soit une pression totale de 451,2 kPa en lit fixe et avec un débit de n-C_{10} constant de 9,5 ml/h , un débit total de 3,6 l/h et une masse de catalyseur de 0,2 g. La réaction est réalisée en flux descendant. Le taux de conversion est réglé par la température à laquelle se déroule la réaction. Le catalyseur soumis au dit test est constitué de zéolithe pure pastillée et de 0,5% poids de platine.

[0051] Le n-décane en présence du tamis moléculaire et d'une fonction hydro-déshydrogénante va subir des réactions d'hydroisomérisation qui vont produire des produits isomérisés à 10 atomes de carbone, et des réactions d'hydrocraquage conduisant à la formation de produits contenant moins de 10 atomes de carbone.

Dans ces conditions un tamis moléculaire utilisé dans l'étape d'hydrodéparaffinage selon l'invention doit présenter les caractéristiques physico-chimiques décrites ci-dessus et conduire, pour un rendement en produits isomérisés du n-C_{10} de l'ordre de 5% poids (le taux de conversion est réglé par la température), à un rapport 2-mêthylnonane/5-mêthylnonane supérieur à 5 et de préférence supérieur à 7.

[0052] L'utilisation de tamis moléculaires ainsi sélectionnés, dans les conditions décrites ci-dessus, parmi les nombreux tamis moléculaires existants déjà, permet notamment la production de produits à faiblie point d'écoulement et haut indice de viscosité avec de bons rendements dans le cadre du procédé selon l'invention.

[0053] Les tamis moléculaires entrant dans la composition du catalyseur d'hydrodéparaffinage catalytique sont les zéolithes suivantes : Ferrierite, NU-10, EU-13, EU-1, ZSM-48 et les zéolites de même type structural.

[0054] De préférence les tamis moléculaires entrant dans la composition du catalyseur d'hydrodéparaffinage sont compris dans l'ensemble formé par la ferrierite et la zéolithe EU-1.

[0055] La teneur pondérale en tamis moléculaire dans le catalyseur d'hydrodéparaffinage est comprise entre 1 et 90 %, de préférence entre 5 et 90% et de manière encore plus préférée entre 10 et 85 %.

Les matrices utilisées pour réaliser la mise en forme du catalyseur sont à titre d'exemples et de façon non limitative, les gels d'alumine, les alumines, la magnésie, les silice-alumines amorphes, et leurs mélanges. Des techniques telles que l'extrusion, le pastillage ou la dragéification, peuvent être utilisées pour réaliser l'opération de mise en forme.

[0056] Le catalyseur comporte aussi une fonction hydns-déshydrogénante assurée, par exemple, par au moins un élément du groupe VIII et de préférence au moins un élément compris dans l'ensemble formé par le platine et le palladium.

[0057] La teneur pondérale en métal non noble du groupe VIII, par rapport au catalyseur final, est comprise entre 1 et 40% de préférence entre 10 et 30%. Dans ce cas, le métal non noble est souvent associé à au moins un métal du groupe VIB (Mo et W préférés). S'il s'agit d'au moins un métal noble du groupe VIII, la teneur pondérale, par rapport au catalyseur final, est inférieure à 5%, de préférence inférieure à 3% et de manière encore plus préférée inférieure à 1,5%.

[0058] Dans le cas de l'utilisation de métaux nobles du groupe VIII, le platine et/ou le palladium sont de préférence localisés sur la matrice, définie comme ci-dessus.

[0059] Le catalyseur d'hydrodéparaffinage selon l'invention peut en outre contenir de 0 à 20%, de préférence de 0 à 10% poids (exprimées en oxydes) phosphore. La combinaison de métal (aux) du groupe VI B et/ou de métal (aux) du groupe VIII avec le phosphore est particulièrement avantageux.

[0060] Si on considère la fraction de l'effluent à point d'ébullition initial supérieur à 340°C qui peut être obtenue à l'issue des étapes (a) et. (b) du procédé selon l'invention et qui est à traiter dans cette étape (c) d'hydrodéparaffinage, elle possède les caractéristiques suivantes : un point d'ébullition initial supérieur à 340°C et de préférence supérieur à 370°C, un point d'écoulement d'au moins 15°C, une teneur en azote inférieure à 10 ppm poids une teneur en soufre inférieure à 50 ppm poids, de façon préférée inférieure à 20 ppm, ou mieux encore à 10 ppm poids, un indice de viscosité obtenu après déparaffinage au solvant (méthyl-isobutyl cétone) à environ -20°C, qui est au moins égal à 80, de préférence compris entre 80 et 150, et mieux entre 90 et 140, voire 90 et 135, une teneur en composés aromatiques inférieure à 15% et de préférence inférieure à 10% poids, une viscosité à 100°C supérieure ou égale à 3 cSt (mm^2/s).

[0061] Les conditions opératoires dans lesquelles s'opère l'étape d'hydrodépararaffinage du procédé de l'invention sont les suivantes:

- la température de réaction est comprise entre 200 et 500°C et de préférence entre 250 et 470°C, avantageusement 270-430°C ;
- la pression est comprise entre 0,1 (ou 0,2) et 25 MPa (10^6 Pa) et de préférence entre 0,5 (1,0) et 20 MPa ;
- la vitesse volumique horaire (wh exprimée en volume de charge injectée par unité de volume de catalyseur et par heure) est comprise entre environ 0,05 et environ 50 et de préférence entre environ 0,1 et environ 20 h^{-1} et de manière encore plus préférée entre 0,2 et 10 h^{-1}.

Elles sont choisies de façon à obtenir le point d'écoulement recherché.

[0062] Le contact entre la charge entrant en déparaffinage et le catalyseur est réalisé en présence d'hydrogène. Le taux d'hydrogène utilisé et exprimé en litres d'hydrogène par litre de charge est compris entre 50 et environ 2000 litres d'hydrogène par litre de charge et de préférence entre 100 et 1500 litres d'hydrogène par litre de charge.

Etape (d) : Hydrofinition (Hydrofinishing)

[0063] L'effluent en sortie de l'étape d'hydrodéparaffinage catalytique est, de préférence dans sa totalité et sans distillation intermédiaire, envoyé sur un catalyseur d'hydrofinishing en présence d'hydrogène de manière à réaliser une hydrogénation poussée des composés aromatiques qui nuisent à la stabilité des huiles et des distillats. Cependant, l'acidité du catalyseur doit être suffisamment faible pour ne pas conduire à la formation trop importante de produits de craquage de point d'ébullition inférieur à 340°C de manière à ne pas dégrader les rendements finaux notamment en huiles.

[0064] Le catalyseur utilisé dans cette étape comporte au moins un métal du groupe VIII et/ou au moins un élément du groupe VIB de la classification périodique. Les fonctions métalliques fortes : platine et/ou palladium, ou des combinaisons nickel-tungstène, nickel-molybdène seront avantageusement utilisées pour réaliser une hydrogénation poussée des aromatiques.

[0065] Ces métaux sont déposés et dispersés sur un support de type oxyde amorphe ou cristallin, tel que par exemple, les alumines, les silices, les silice-alumines. Le support ne contient pas de zéolithe.

[0066] Le catalyseur d'hydrofinition (HDF) peut aussi contenir au moins on élément du groupe VII A de la classification périodique des éléments. De façon préférée ces catalyseurs contiennent du fluor et/ou du chlore.

[0067] Les teneurs pondérales en métaux sont comprises entre 10 et 30% dans le cas des métaux non-nobles et inférieures à 2%, de manière préférée comprise entre 0,1 et 1,5%, et de manière encore plus préférée entre 0,1 et 1,0% dans le cas des métaux nobles.

[0068] La quantité totale d'halogène est comprise entre 0,02 et 30 % pds avantageusement 0,01 à 15 %, ou encore à 0,01 à 10 %; de préférence 0,01 à 5 %.

[0069] On pourra citer parmi les catalyseurs utilisables dans cette étape d'HDF, et conduisant à d'excellentes performances, et notamment pour l'obtention d'huiles médicinales, les catalyseurs contenant au moins un métal noble du groupe VIII (platine par exemple) et au moins un halogène (chlore et/ou fluor), la combinaison chlore et fluor étant préférée. Un catalyseur préféré est constitué de métal noble, chlore, fluor et alumine.

[0070] Les conditions opératoires dans lesquelles s'opère l'étape d'hydrofinition du procédé de l'invention sont les suivantes:

- la température de réaction est comprise entre 180 et 400°C et de préférence entre 210 et 350°C, avantageusement 220-320°C ;
- la pression est comprise entre 0,1 et 25 MPa (10^6 Pa) et de préférence entre 1,0 et 20 MPa;
- la vitesse volumique horaire (wh exprimée en volume da charge injectée par unité de volume de catalyseur et par heure) est comprise entre environ 0,05 et environ 100 et de préférence entre environ 0,1 et environ 30 h^{-1}.

[0071] Le contact entre la charge et le catalyseur est réalisé en présence d'hydrogène. Le taux d'hydrogène utilisé et exprimé en litres d'hydrogène par litre de charge est compris entre 50 et environ 2000 litres d'hydrogène par litre de charge et de préférence entre 100 et 1500 litres d'hydrogène par litre de charge.

[0072] Généralement la température de l'étape d'HDF est inférieure à la température de l'étape d'hydrodéparaffinage catalytique (HDPC). La différence T_{HDPC}-T_{HDF} est généralement comprise entre 20 et 200, et de préférence entre 30 et 100°C.

Etape (e) : Séparation

[0073] L'effluent en sortie de l'étape d'HDF, est envoyé dans un train de séparation ou de distillation, qui comporte une séparation des gaz (par exemple au moyen d'un séparateur gaz-liquide) permettant de séparer des produits liquides les gaz tels que l'hydrogène et les hydrocarbures gazeux comportant de 1 à 4 atomes de carbone. Ce train de séparation peut également comprendre une séparation des composés à point d'ébullition inférieur à 150°C (essence) formés lors des étapes précédentes (par exemple un strippage et/ou une distillation atmosphérique). L'étape (e) de séparation se termine par une distillation sous vide pour récupérer au moins une fraction huile. Les distillats moyens formés lors des étapes précédentes sont également récupérés lors de la séparation de l'étape (e).

[0074] Le train de séparation peut être réalisé de différentes manières.

Il peut par exemple comporter un strippeur pour séparer l'essence formée lors de l'étape (a) et l'effluent résultant est envoyé dans une colonne distillation sous vide pour récupérer au moins une fraction huile et également les distillats moyens.

Dans un autre mode de réalisation, le train de séparation peut comporter avant la distillation sous vide, une distillation atmosphérique de l'effluent issu du séparateur ou du strippeur.

Au niveau de la distillation atmosphérique, il est récupéré au moins une fraction distillat moyen (ce sont les distillats formés lors des étapes précédentes). Au moins une fraction essence est obtenue au niveau du strippeur ou de la distillation atmosphérique. Le résidu de distillation at-

mosphérique est envoyé en distillation sous vide.
La distillation sous vide permet d'obtenir la ou les fractions huiles de grades différents selon les besoins de l'exploitant.

[0075] Toutes les combinaisons sont possibles, les points de coupe étant ajustés par l'exploitant en fonction de ses besoins (spécifications produits par exemple).
Cette séparation permet aussi d'affiner les caractéristiques de la fraction huile telles que par exemple NOACK, viscosité, en choisissant le point de coupe entre le gasoil et la fraction huile.

[0076] Les huiles de bases obtenues selon ce procédé présentent le plus souvent un point d'écoulement inférieur à -10°C, une teneur pondérale en composés aromatiques inférieure à 2 %, un VI supérieur à 95, de préférence supérieur à 105 et de manière encore plus préférée supérieur à 120 , une viscosité d'au moins 3,0 cSt à 100°C, une couleur ASTM D1500 inférieure à 1 et de préférence inférieure à 0,5, et une stabilité aux UV telle que "accroissement de la couleur ASTM D1500 est compris entre 0 et 4 et de préférence entre 0,5 et 2,5.

[0077] Le test de stabilité aux UV, adapté des procédés ASTM D925-55 et D1148-55, fournit une méthode rapide pour comparer la stabilité des huiles de lubrification exposées à une source de rayons ultraviolets. La chambre d'essai est constituée d'une enceinte métallique munie d'un plateau tournant qui reçoit les échantillons d'huiles. Une ampoule produisant les mêmes rayons ultraviolets que ceux de la lumière solaire et placée au sommet de la chambre d'essai est dirigée vers le bas sur les échantillons. Parmi les échantillons est incluse une huile standard à caractéristiques U.V connues. La couleur ASTM D1500 des échantillons est déterminée à t=0 puis après 45 h d'exposition à 55°C. Les résultats sont transcrits pour l'échantillon standard et les échantillons de l'essai comme suit :

a) couleur initiale ASTM D1500,
b) couleur finale ASTM D1500,
c) accroissement de la couleur,
d) trouble,
e) précipité.

[0078] Un autre avantage du procédé selon l'invention est qu'il permet aussi d'obtenir des huiles blanches médicinales. Les huiles blanches médicales sont des huiles minérales obtenues par un raffinage poussé du pétrole, leur qualité est soumise à différentes réglementations qui visent à garantir leur innocuité pour des applications pharmaceutiques, elles sont dépourvues de toxicité et se caractérisent par leur densité et leur viscosité. Les huiles blanches médicinales comprennent essentiellement des hydrocarbures saturés, elles sont chimiquement inertes et leur teneur en hydrocarbures aromatiques est faible. Une attention particulière est portée aux composés aromatiques et notamment à 6 hydrocarbures aromatiques polycycliques (P.A.H. pour l'abréviation anglo-saxonne de polycyclic aromatic hydrocarbons) qui sont toxiques et présents à des concentrations d'une partie par milliard en poids de composés aromatiques dans l'huile blanche. Le contrôle de la teneur totale en aromatiques peut être effectué par la méthode ASTM D 2008, ce test d'adsorption UV à 275, 292 et 300 nanomètres permet de contrôler une absorbance inférieure respectivement à 0,8, 0,4 et 0,3. Ces mesures sont effectuées avec des concentrations de 1g d'huile par litre, dans une cuve de 1 cm. Les huiles blanches commercialisées se différencient par leur viscosité mais aussi par leur brut d'origine qui peut être paraffinique ou naphténique, ces deux paramètres vont induire des différences à la fois dans les propriétés physico-chimiques des huiles blanches considérées mais aussi dans leur composition chimique.
Actuellement les coupes huiles, qu'elles proviennent soit de la distillation directe d'un pétrole brut suivi d'une extraction des composés aromatiques par un solvant, ou qu'elles soient issues de procédé d'hydroraffinage catalytique ou d'hydrocraquage, contiennent encore des quantités non négligeables de composés aromatiques. Dans le cadre législatif actuel de la majorité des pays industrialisés, les huiles blanches dites médicinales doivent avoir une teneur en aromatiques inférieure à un seuil imposé par la législation de chacun des pays. L'absence de ces composés aromatiques dans les coupes huiles se traduit par une spécification de couleur Saybolt qui doit être sensiblement d'au moins 30 (+30), une spécification maximale d'adsorption U.V. qui doivent être inférieures à 1,60 à 275 nm sur un produit pur en cuve de 1 centimètre et une spécification maximale d'absorption des produits d'extraction par du DMSO qui doit être inférieure à 0,1 pour le marché américain (Food and Drug Administration, norme n° 1211145). Ce dernier test consiste à extraire spécifiquement des hydrocarbures aromatiques polycycliques à l'aide d'un solvant polaire, souvent le DMSO, et à contrôler leur teneur dans l'extrait par une mesure d'absorption UV dans le domaine 260-350 nm.

[0079] Par ailleurs, les huiles blanches médicinales doivent aussi satisfaire au test des matières carbonisables (ASTM D565). Il consiste à chauffer et agiter un mélange d'huile blanche et d'acide sulfurique concentré. Après décantation des phases, la couche acide doit avoir une coloration moins intense que celle d'une solution colorée de référence ou que celle résultant de la combinaison de deux verres colorés jaune et rouge.

[0080] Les distillats moyens issus de l'enchaînement des étapes du procédé selon l'invention ont des points d'écoulement inférieures ou égaux à -10°C et généralement à -20°C, des teneurs en aromatiques faibles (au plus 2 % poids), des teneurs en poly aromatiques (di et plus) inférieures à 1 % poids et pour les gasoils, un indice de cétane supérieur à 50, et même supérieur à 52.

[0081] Un autre avantage du procédé selon l'invention est que la pression totale peut être la même dans tous les réacteurs des étapes (c) et (d) d'où la possibilité de travailler en série et donc de générer des économies de

coût.

[0082] La présente invention a trait également à une installation utilisable pour la mise en oeuvre du procédé ci dessus décrit.

L'installation comporte :

- une zone d'hydroraffinage (2) contenant un catalyseur d'hydroraffinage, et ayant au moins une conduite (1) pour amener la charge à traiter
- un train de séparation comportant au moins un moyen de séparation des gaz (4) muni d'une conduite (3) amenant l'effluent issu de la zone (2), ledit moyen étant muni d'au moins une conduite (5) pour l'évacuation des gaz, au moins un moyen (7) de séparation des composés à point d'ébullition inférieur à 150°C, ledit moyen étant muni d'au moins une conduite (8) pour la sortie de la fraction contenant les composés bouillant au dessous de 150°C, et d'au moins une conduite (9) pour évacuer un effluent contenant des composés bouillant à au moins 150°C, ledit train comportant également au moins une colonne de distillation sous vide (10) pour traiter ledit effluent, ladite colonne étant munie d'au moins une conduite (11) pour la sortie d'au moins une fraction huile,
- une zone de déparaffinage catalytique (15) avec un catalyseur comprenant au moins un élément hydrodéshydrogénant et au moins un tamis moléculaire choisi dans le groupe des zéolites formé par Ferrierite, NU-10, EU-13, EU-1, ZSM-48 pour traiter au moins une fraction huile, et munie d'au moins une conduite (16) pour évacuer l'effluent déparaffiné,
- une zone d'hydrofinition (17) pour traiter l'effluent déparaffiné de la conduite (16), et munie d'au moins une conduite (18) pour évacuer l'effluent hydrofini,
- un train de séparation final comportant au moins un moyen de séparation des gaz (19) muni d'au moins une conduite (18) amenant l'effluent hydrofini, ledit moyen étant muni d'au moins une conduite (20) pour l'évacuation des gaz, au moins un moyen (22) de séparation des composés à point d'ébullition inférieur à 150°C, ledit moyen étant d'au moins une conduite (24) pour la sortie de la fraction contenant les composés buoillant au-dessous de 150°C, et d'au moins une conduite (25) pour évacuer un effluent contenant des composés bouillant à au moins 150°C, ledit train comportant également au moins une colonne de distillation sous vide (26) pour traiter ledit effluent, ladite colonne étant munie d'au moins une conduite (28) pour la sortie d'au moins une fraction huile.

[0083] On suivra mieux la description à partir de la figure 1.

La charge entre par la conduite (1) dans la zone d'hydroraffinage (2) qui comporte un ou plusieurs lits catalytiques de catalyseur d'hydroraffinage, agencée en un ou plusieurs réacteurs.

L'effluent sortant par la conduite (3) de la zone d'hydroraffinage est envoyé dans un train de séparation. Selon la figure 1, ce train comporte un moyen de séparation (4) pour séparer les gaz légers (H_2S, H_2, NH_3...C1-C4) évacués par la conduite (5).

L'effluent « dégazé » est amené par la conduite (6) dans un moyen de séparation des composés à point d'ébullition inférieur à 150°C, qui est par exemple un strippeur (7) muni d'une conduite (8) pour évacuer le fraction 150- et d'une conduite (9) pour amener l'effluent strippé dans une colonne (10) de distillation sous vide.

Ladite colonne permet de séparer au moins une fraction huile évacuée par exemple par la conduite (11) et par au moins une conduite (12), il sort au moins une fraction distillat moyen. Eventuellement , selon les besoins de l'exploitant, il peut être séparé des fractions huiles légères à grades différents sortant sur la figure 1 dans les conduites (13) (14).

La fraction huile obtenue dans la conduite (11) est envoyée dans la zone de déparaffinage catalytique (15) qui comporte un ou plusieurs lits catalytiques de catalyseur de déparaffinage catalytique, agencée en un ou plusieurs réacteurs.

Les fractions huiles des conduites (13) (14) peuvent également être envoyées dans la zone (12), seules ou en mélange entre elles ou avec l'huile plus lourde de la conduite (11).

L'effluent déparaffiné ainsi obtenu est évacué dans sa totalité de la zone (15) par la conduite (16).

II est ensuite traité dans la zone d'hydrofinition (17) qui comporte un ou plusieurs lits catalytiques de catalyseur d'hydrofinition, agencée en un ou plusieurs réacteurs.

L'effluent hydrofini ainsi obtenu est évacué par la conduite (18) vers le train de séparation final.

Sur la figure 1, ce train comporte un moyen de séparation (19) pour séparer les gaz légers évacués par la conduite (20).

L'effluent « dégazé » est amené par la conduite (21) dans une colonne de distillation. Sur la figure 1, il s'agit d'une colonne de distillation atmosphérique (22) pour séparer une ou des fractions distillats moyens évacués par, par exemple, une conduite (23) et éventuellement une fraction essence évacuée par une conduite (24).

Sur la figure 1, le résidu de la distillation atmosphérique sorti par la conduite (25) est envoyé dans une colonne de distillation sous vide (26) qui sépare une ou des fractions huiles légères (selon les besoins de l'exploitant) évacuée par au moins une conduite, par exemple, une conduite (27) et permet de récupérer une fraction huile de base par la conduite (28).

Sur la figure 2, un autre mode de réalisation de la séparation a été représenté. On se décrira pas tous les éléments qu'on reconnaîtra aux signes de référence, mais seulement les séparations.

Dans la figure 2, l'effluent issu de la zone (2) qui a été dégazé est amené par la conduite (6) dans une colonne de distillation (30) qui est ici une colonne de distillation atmosphérique.

Dans cette colonne sont séparées une ou des fractions essence et/ou distillats moyens sortant par les conduites (31) , (32) sur la figure 2, et le résidu contenant les produits lourds (point d'ébullition généralement supérieur à 340°C, voire à 370°C ou plus) est évacué par la conduite (33).

[0084] Ce résidu est, selon la figure 2, envoyé dans une colonne de distillation sous vide (10) de laquelle est séparée une fraction huile par la conduite (11) et éventuellement par une ou des conduites (34) (35) par exemple portent une ou des fractions huiles légères de grades différents, lorsque l'exploitant a souhaité leur obtention. Dans la figure 2, le train de séparation.final comporte un moyen de séparation des gaz (19) dans lequel entre l'effluent hydrofini par la conduite (18) et en ressort « dégazé » par la conduite (21).

Cet effluent dégazé est envoyé dans un strippeur (36) muni d'une conduite (37) pour évacuer la fraction 150 et d'une conduite (38) par laquelle sort l'effluent strippé. Ledit effluent est envoyé dans une colonne de distillation sous vide (26) qui permet de séparer une fraction base huile par la conduite (28) et au moins une fraction plus légère. Ici, ces fractions plus légères sont par exemple des huiles légères évacuées par les conduites (39) (40) et une seule fraction évacuée par la conduite (41) et contenant l'essence et les distillats moyens.

[0085] On comprendra que toutes les combinaisons des trains de séparation sont possibles pourvu que le train comprenne un moyen pour évacuer les gaz légers, un moyen pour séparer la fraction 150 (stripper, distillation atmosphérique) et une distillation sous vide pour séparer la fraction contenant les produits à point d'ébullition supérieur à 340°C (fraction huile ou base huile). Généralement, les colonnes sous vide utilisées directement après le strippeur sont réglées pour séparer en tête des fractions à point d'ébullition inférieur à 340°C, ou à 370°C ou plus (380°C par exemple). En fait, l'exploitant règlera les points de coupe en fonction des produits à obtenir et par exemple s'il, veut produire des huiles légères.

L'enchaînement plus classique séparateur, colonne de distillation atmosphérique et colonne de distillation sous vide est plus souvent utilisé pour le train de séparation final.

La combinaison de la figure 1 est particulièrement intéressante au niveau qualité de la séparation (et donc des produits obtenus) pour un coût très optimisé (économie d'une colonne).

Revendications

1. Procédé pour la production d'huiles et de distillats moyens à partir d'une charge contenant plus de 200 ppm pds d'azote et plus de 500 ppm pds de soufre, et dont au moins 20 % volumé bout au-dessus de 340°C, la charge est choisie dans le groupe formé par les distillats sous vide issus de distillation directe du brut ou d'unités de conversion, les résidus d'hydrocraquage, les distillats sous vide provenant de désulfuration ou d'hydroconversion de résidus atmosphériques ou de résidus sous vide, les huiles désasphaltées ou leurs mélanges, comportant les étapes suivantes :

   (a) hydroraffinage de la charge, réalisé à une température de 330°-450°C, sous une pression de 5-25 MPa, avec une vitesse spatiale de 0,1-10 h^{-1}, en présence d'hydrogène dans le rapport volumique hydrogène/ hydrocarbure de 100-2000, en présence d'un catalyseur amorphe comprenant un support et au moins un métal non-noble du groupe VIII, au moins un métal du groupe VI B, et au moins un élément dopant choisi dans le groupe formé par le phosphore, le bore et le silicium, la conversion étant d'au plus 60 % pds,

   (b) à partir de l'effluent obtenu dans l'étape (a) séparation, d'au moins les gaz et les composés à point d'ébullition inférieur à 150°C, incluant facultativement une distillation sous vide,

   (c) déparaffinage catalytique d'une partie au moins de l'effluent à l'issue de l'étape (b) et qui contient des composés à point d'ébullition supérieur à 340°C, réalisé à une température de 200-500°C, sous une pression totale de 1-25 MPa, avec une vitesse volumique horaire de 0,05-50 h^{-1}, avec 50-2000 l d'hydrogéne/l de charge, et en présence d'un catalyseur comprenant au moins un élément hydro-déshydrogénant et au moins un tamis moléculaire choisi dans le groupe des zéolites formé par Ferrierite, NU-10, EU-13, EU-1 . ZSM-48,

   (d) hydrofinition d'une partie au moins de l'effluent issu de l'étape (c) réalisé à une température de 180-400°C, sous une pression de 1-25 MPa, avec une vitesse volumique horaire de 0,05-100 h^{-1}, en présence de 50-2000 l d'hydrogène/l de charge, et en présence d'un catalyseur amorphe au moins un métal hydro-déshydrogénant et au moins un halogène ; et

   (e) séparation de l'effluent obtenu dans l'étape (d) pour obtenir au moins une fraction huile, ladite séparation incluant une distillation sous vide.

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel le catalyseur d'hydroraffinage contient au moins un élément choisi parmi Co et NI, au moins un élément choisi parmi Mo et W et au moins un élément dopant choisi parmi P, B et Si, lesdits éléments étant déposés sur un support.

3. Procédé selon l'une des revendications 1 et 2, dans lequel le catalyseur d'hydroraffinage contient comme éléments dopants du phosphore et du bore déposés sur un support à base d'alumine.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 et 2, dans lequel le catalyseur d'hydroraffinage contient comme éléments dopants du bore et du silicium déposés sur un support à base d'alumine.

5. Procédé selon la revendication 4 dans lequel le catalyseur contient également du phosphore.

6. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel le support du catalyseur d'hydroraffinage est un support acide.

7. Procédé selon rune des revendications précédentes dans lequel le catalyseur d'hydroraffinage contient également au moins un élément choisi dans le groupe formé par les éléments du groupe VB, les éléments du groupe VIIA et les éléments du groupé VIIB.

8. Procédé selon la revendication 7 dans lequel le catalyseur d'hydroraffinage contient au moins un élément choisi parmi le niobium, le fluor, le manganèse et le rhénium.

9. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel le catalyseur d'hydrofinition contient au moins un métal du groupe VIII et/ou au moins un métal du groupe VIB, un support dépourvu de zéolite et au moins un élément du groupe VIIA.

10. Procédé selon la revendication 9 dans lequel le catalyseur contient du platine, du chlore et du fluor.

11. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel dans l'étape d'hydroraffinage, la conversion en produits à points d'ébullition inférieurs à 340°C est au plus égale à 50 % poids.

12. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel l'étape (b) et/ou l'étape (e) est réalisée par séparation gaz-liquide, puis strippage suivi de distillation sous vide.

13. Procédé selon la revendication 12 dans lequel l'étape (b) et/ou l'étape (e) est réalisée par séparation gaz-liquide, puis distillation atmosphérique suivie d'une distillation sous vide.

14. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel la charge est choisie dans le groupe formé par les distillats sous vide issus de distillation directe du brut ou d'unités de conversion, les résidus d'hydrocraquage, les distillats sous vide provenant de désulfuration ou d'hydroconversion de résidus atmosphériques ou de résidus sous vide ou leurs mélanges.

15. Installation pour la production d'huiles et de distillats moyens comportant :

- une zone d'hydroraffinage (2) contenant un catalyseur d'hydroraffinage, et ayant au moins une conduite (1) pour amener la charge à traiter,
- un train de séparation comportant au moins un moyen de séparation des gaz (4) muni d'une conduite (3) amenant l'effluent issu de la zone (2), ledit moyen étant muni d'au moins une conduite (5) pour l'évacuation des gaz, au moins un moyen (7) de séparation des composés à point d'ébullition inférieur à 150°C, ledit moyen étant muni d'au moins une conduite (8) pour la sortie de la fraction contenant les composés bouillant. au dessous due 150°C, et d'au moins une conduite (9) pour évacuer un effluent contenant des composés bouillant à au moins 150°C,ledit train comportant également au moins une colonne de distillation sous vide (10) pour traiter ledit effluent, ladite colonne étant munie d'au moins une conduite (11) pour la sortie d'au moins une fraction huile,
- une zone de déparaffinage catalytique (15) avec un catalyseur comprenant au moins un élément hydro-déshydrogénant et au moins un tamis moléculaire choisi dans le groupe des zéolites formé par Ferrierite, NU-10, EU-13, EU-1, ZSM-48, pour traiter au moins une fraction huile, et munie d'au moins une conduite (16) pour évacuer l'effluent déparaffiné,
- une zone d'hydrofinition (17) pour traiter l'effluent déparaffiné de la conduite (16), et munie d'au moins une conduite (18) pour évacuer l'effluent hydrofini,
- un train de séparation final comportant au moins un moyen de séparation des gaz (19) muni d'au moins une conduite (18) amenant l'effluent hydrofini, ledit moyen étant muni d'au moins une conduite (20) pour l'évacuation des gaz, au moins un moyen (22) de séparation des composés à point d'ébullition inférieur à 150°C, ledit moyen étant d'au moins une conduite (24) pour la sortie de la fraction contenant les composés bouillant au-dessous de 150°C, et d'au moins une conduite (25) pour évacuer un effluent contenant des composés bouillant à au moins 150°C, ledit train comportant également au moins une colonne de distillation sous vide (26) pour traiter ledit effluent, ladite colonne étant munie d'au moins une conduite (28) pour la sortie d'au moins une fraction huile.

16. Installation selon la revendication 15 dans laquelle le moyen de séparation des gaz (4) (19) est un séparateur gaz-liquide.

17. Installation selon l'une des revendications 15 et 16 dans laquelle le moyen de séparation (7) des com-

posés à point d'ébullition inférieur à 150°C est un strippeur et que l'effluent strippé évacué par la conduite (9) est envoyé dans une colonne (10) de distillation sous vide, munie d'au moins une conduite (11) pour évacuer au moins une fraction huile et d'au moins une conduite (12) pour la sortie d'au moins une fraction distillat moyen.

18. Installation selon l'une des revendications 15 et 16 dans laquelle le moyen de séparation (22) des composés à point d'ébullition inférieur à 150°C est une distillation atmosphérique, munie d'au moins une conduite (23) pour évacuer au moins une fraction distillat moyen, d'au moins une conduite (24) pour évacuer au moins une fraction essence, et d'au moins une conduite (25) pour la sortie du résidu, ledit étant envoyé dans une colonne (26) de distillation sous vide séparant au moins une fraction huile évacuée par au moins une conduite (28).

Claims

1. Process for the production of oils and middle distillates from a charge containing more than 200 ppm by weight of nitrogen and more than 500 ppm by weight of sulphur, of which at least 20% by volume boils above 340°C, the charge is selected from the group formed by the vacuum distillates produced by direct distillation of the crude or conversion units, hydrocracking residues, vacuum distillates produced by desulphuration or hydroconversion of atmospheric residues or vacuum residues; deasphalted oils or mixtures of these, comprising the following stages:

(a) hydrorefining of the charge, carried out at a temperature of 330°C-450°C, under a pressure of 5-25 MPa, at a spatial velocity of 0.1-10h^{-1}, in the presence of hydrogen in the hydrogen/hydrocarbon volume ratio of 100-2000, in the presence of an amorphous catalyst comprising a support, at least one non-noble metal of Group VIII and at least one metal of Group VI B, and at least one doping element selected from the group formed by phosphorus, boron and silicon, conversion being 60% by weight maximum.
(b) from the effluent obtained in stage (a), separation of the gases and compounds with a boiling point below 150°C including optionally a vacuum distillation.
(c) catalytic dewaxing of at least part of the effluent from stage (b), which contains compounds with a boiling point above 340°C, carried out at a temperature of 200-500°C, under a total pressure of 1-25MPa, at an hourly volume rate of 0.05-50h^{-1}, with 50-20001 of hydrogen/l of charge, and in the presence of a catalyst comprising at least one hydro-dehydrogenating element and at least one molecular sieve selected from the group of zeolites formed by Ferrierite, NU-10, EU-13, EU-1, ZSM-48.
(d) hydrofinishing of at least part of the effluent from stage (c), carried out at a temperature of 180-400°C, under a pressure of 1-25MPa, at an hourly volume rate of 0.05-100h^{-1}, in the presence of 50-2000 1 of hydrogen/l of charge, and in the presence of an amorphous catalyst, at least one hydro-dehydrogenating metal and at least one halogen.
(e) separation of the effluent obtained in stage (d) to obtain at least one oil fraction, said separation including a vacuum distillation.

2. Process according to Claim 1, in which the hydrorefining catalyst contains at least one element selected from Co and Ni, at least one element selected from Mo and W, and at least one doping element selected from P, B and Si, said elements being deposited on a support.

3. Process according to either of Claims 1 and 2, in which the hydrorefining catalyst contains as doping elements phosphorus and boron deposited on an alumina-based support.

4. Process according to either of Claims 1 and 2, in which the hydrorefining catalyst contains as doping elements boron and silicon deposited on an alumina-based support.

5. Process according to Claim 4 in which the catalyst also contains phosphorus.

6. Process according to any one of the preceding claims, in which the support of the hydrorefining catalyst is an acid support.

7. Process according to any one of the preceding claims, in which the hydrorefining catalyst also contains at least one element selected from the group formed by the elements of Group VB, the elements of Group VIIA and the elements of Group VIIB.

8. Process according to Claim 7, in which the hydrorefining catalyst contains at least one element selected from niobium, fluorine, manganese and rhenium.

9. Process according to any one of the preceding claims, in which the hydrofinishing catalyst contains at least one metal of Group VIII and/or at least one metal of Group VIB, a support without zeolite and at least one element of Group VIIA.

10. Process according to Claim 9 in which the catalyst contains platinum, chlorine and fluorine.

11. Process according to any one of the preceding claims, in which, in the hydrorefining stage, the conversion into products with boiling points below 340°C is equal to 50% by weight maximum.

12. Process according to any one of the preceding claims, in which stage (b) and/or stage (e) is carried out by gas-liquid separation, then stripping followed by vacuum distillation.

13. Process according to Claim 12 in which stage (b) and/or stage (e) is carried out by gas-liquid separation, then atmospheric distillation followed by vacuum distillation.

14. Process according to any one of the preceding claims, in which the charge is selected from the group formed by the vacuum distillates produced by direct distillation of the crude or conversion units, hydrocracking residues, vacuum distillates from desulphuration or hydroconversion of atmospheric residues or vacuum residues or mixtures of these.

15. Installation for the production of oils and middle distillates comprising:

- a hydrorefining zone (2) containing a hydrorefining catalyst, and having at least one pipe (1) to introduce the charge to be treated
- a separation train comprising at least one means of separation of the gases (4) having a pipe (3) carrying the effluent from zone (2), said means having at least one pipe (5) for removal of the gases, at least one means (7) of separation of the compounds with a boiling point below 150°C, said means having at least one pipe (8) for removal of the fraction containing the compounds boiling below 150°C, and at least one pipe (9) for removal of an effluent containing compounds boiling at at least 150°C, said train also comprising at least one vacuum distillation column (10) for treatment of said effluent, said column having at least one pipe (11) for removal of at least one oil fraction,
- a catalytic dewaxing zone (15) with a catalyst comprising at least one hydro-dehydrogenating element and at least one molecular sieve selected from the group of zeolites formed by Ferrierite, NU-10, EU-13, EU-1, ZSM-48 for treatment of at least one oil fraction, and having at least one pipe (16) for removal of the dewaxed effluent,
- a hydrofinishing zone (17) for treatment of the dewaxed effluent from the pipe (16), and having at least one pipe (18) for removal of the hydrofinished effluent,
- a final separation train comprising at least one means of separation of the gases (19) having at least one pipe (18) carrying the hydrofinished effluent, said means having at least one pipe (20) for removal of the gases, at least one means (22) of separation of the compounds with a boiling point below 150°C, said means having at least one pipe (24) for removal of the fraction containing compounds boiling below 150°C, and at least one pipe (25) for removal an effluent containing compounds boiling at at least 150°C, said train also comprising at least one vacuum distillation column (26) for treatment of said effluent, said column having at least one pipe (28) for removal of at least one oil fraction.

16. Installation according to Claim 15 in which the means of separation of the gases (4) (19) is a gas - liquid separator.

17. Installation according to either of Claims 15 or 16 in which the means of separation (7) of the compounds with a boiling point below 150°C is a stripper and the stripped effluent removed by the pipe (9) is passed into a vacuum distillation column (10), having at least one pipe (11) for removal of at least one oil fraction and at least one pipe (12) for removal of at least one medium distillate fraction.

18. Installation according to either of Claims 15 or 16 in which the means of separation (22) of the compounds with a boiling point below 150°C is an atmospheric distillation section, having at least one pipe (23) for removal of at least one medium distillate fraction, at least one pipe (24) for removal of at least one gasoline fraction, and at least one pipe (25) for removal of the residue, said residue being passed into a vacuum distillation column (26) separating at least one oil fraction removed by at least one pipe (28).

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Ölen und Mitteldestillaten aus einem Beschickungsgut, das mehr als 200 ppm nach Gewicht an Stickstoff und mehr als 500 ppm nach Gewicht an Schwefel enthält und das zu mindestens 20 Volumen% oberhalb von 340 °C siedet, wobei das Beschickungsgut aus der Gruppe gewählt ist, die von den Vakuumdestillaten aus der direkten Destillation von Rohöl oder umgewandelten Einheiten, den Rückständen des Hydrocrackens, den Vakuumdestillaten aus der Entschwefelung oder hydrierenden Umwandlung von Rückständen einer Normaldruckbehandlung oder Rückständen einer Vakuumbehandlung, den entasphaltierten Ölen oder Mischungen daraus gebildet wird, wobei das Verfahren die folgenden Schritte aufweist:

(a) hydrierende Raffination des Beschickungs-

gutes, durchgeführt bei einer Temperatur von 330 ° bis 450 °C, unter einem Druck von 5 bis 25 MPa, mit einer Raumgeschwindigkeit von 0,1 bis 10 h^{-1}, in Gegenwart von Wasserstoff in einem Wasserstoff/Kohlenwasserstoff-Volumenverhältnis von 100 bis 2000, in Gegenwart eines amorphen Katalysators, der einen Träger und mindestens ein unedles Metall der Gruppe VIII, mindestens ein Metall der Gruppe VIB und mindestens ein Dotierelement, das aus der Gruppe gewählt ist, welche von Phosphor, Bor und Silicium gebildet wird, umfasst, wobei die Umwandlung zu mindestens 60 Gew.-% erfolgt,
(b) ausgehend von dem Stoffstrom, der in Schritt (a) erhalten wird, Abtrennung mindestens der Gase und der Verbindungen mit einem Siedepunkt von weniger als 150°C, möglicherweise eine Vakuumdestillation beinhaltend,
(c) Katalytische Entparaffinierung mindestens eines Teils des Stoffstroms, der aus Schritt (b) stammt und die Verbindungen mit einem Siedepunkt von mehr als 340 °C enthält, durchgeführt bei einer Temperatur von 200 bis 500 °C, unter einem Gesamtdruck von 1 bis 25 MPa, mit einer stündlichen Volumengeschwindigkeit von 0,05 bis 50 h^{-1}, mit 50 bis 2000 l Wasserstoff / l Beschickungsgut und in Gegenwart eines Katalysators, der mindestens ein hydrierendes/deshydrierendes Element und mindestens ein Molekularsieb, das aus der Gruppe der Zeolithe gewählt ist, welche von Ferrierit, NU-10, EU-13, EU-1, ZSM-48 gebildet wird, umfasst,
(d) Hydrofinishing mindestens eines Teils des Stoffstroms aus Schritt (c), durchgeführt bei einer Temperatur von 180 bis 400 °C, unter einem Druck von 1 bis 25 MPa, mit einer stündlichen Volumengeschwindigkeit von 0,5 bis 100 h^{-1}, in Gegenwart von 50 bis 2000 l Wasserstoff / l Beschickungsgut und in Gegenwart eines amorphen Katalysators, mindestens ein hydrierendes/deshydrierendes Element und mindestens ein Halogen; und
(e) Abtrennung des Stoffstroms, der in Schritt (d) erhalten wurde, um mindestens eine Ölfraktion zu erhalten, wobei die Abtrennung eine Vakuumdestillation beinhaltet.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei der Katalysator für die hydrierende Raffination mindestens ein Element, das aus Co und Ni gewählt ist, mindestens ein Element, das aus Mo und W gewählt ist, und mindestens ein Dotierelement, das aus P, B und Si gewählt ist, enthält, wobei die Elemente auf einen Träger aufgebracht sind.

3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 und 2, wobei der Katalysator für die hydrierende Raffination als Dotierelemente Phosphor und Bor, aufgebracht auf einen Träger auf Basis von Aluminiumoxid, enthält.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 und 2, wobei der Katalysator für die hydrierende Raffination als Dotierelemente Bor und Silicium, aufgebracht auf einen Träger auf Basis von Aluminiumoxid, enthält.

5. Verfahren nach Anspruch 4, wobei der Katalysator weiterhin Phosphor enthält.

6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei es sich bei dem Träger des Katalysators für die hydrierende Raffination um einen sauer reagierenden Träger handelt.

7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Katalysator für die hydrierende Raffination weiterhin mindestens ein Element enthält, das aus der Gruppe gewählt ist, die von den Elementen der Gruppe VB, den Elementen der Gruppe VIIA und den Elementen der Gruppe VIIIB gebildet wird.

8. Verfahren nach Anspruch 7, wobei der Katalysator für die hydrierende Raffination mindestens ein Element enthält, das aus Niob, Fluor, Mangan und Rhenium gewählt ist.

9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Hydrofinishing-Katalysator mindestens ein Metall der Gruppe VIII und/oder mindestens ein Metall der Gruppe IVB, einen zeolithfreien Träger und mindestens ein Element der Gruppe VIIA enthält.

10. Verfahren nach Anspruch 9, wobei der Katalysator Platin, Chlor und Fluor enthält.

11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei im Schritt der hydrierenden Raffination die Umwandlung zu Stoffen mit Siedepunkten von weniger als 340 °C zu höchstens 50 Gewichts% erfolgt.

12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Schritt (b) und/oder der Schritt (e) durchgeführt wird, indem eine Gas-Flüssigkeits-Trennung, dann ein Strippvorgang und danach eine Vakuumdestillation erfolgen.

13. Verfahren nach Anspruch 12, wobei der Schritt (b) und/oder der Schritt (e) durchgeführt wird, indem eine Gas-Flüssigkeits-Trennung, dann eine Normaldruckdestillation und danach eine Vakuumdestillation erfolgen.

14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das Beschickungsgut aus der Gruppe

gewählt ist, die von den Vakuumdestillaten aus der direkten Destillation von Rohöl oder umgewandelten Einheiten, den Rückständen des Hydrocrackens, den Vakuumdestillaten aus der Entschwefelung oder hydrierenden Umwandlung von Rückständen einer Normaldruckbehandlung oder Rückständen einer Vakuumbehandlung oder Mischungen daraus gebildet wird.

15. Anlage zur Herstellung von Ölen und Mitteldestillate, aufweisend

- einen Bereich für die hydrierende Raffination (2), der einen Katalysator für die hydrierende Raffination enthält und mindestens eine Leitung (1) zum Heranführen des zu behandelnden Beschickungsgutes hat,
- eine Trennvorrichtung, die mindestens ein Mittel zur Gasabtrennung (4), welches mit einer Leitung (3) versehen ist, die den Stoffstrom aus dem Bereich (2) heranführt, wobei das Mittel mit mindestens einer Leitung (5) zur Abführen der Gase versehen ist, mindestens ein Mittel (7) zur Abtrennung der Verbindungen mit einem Siedepunkt von weniger als 150 °C, wobei das Mittel mit mindestens einer Leitung (8) zum Ableiten der Fraktion, welche die Verbindungen enthält, die unterhalb von 150 °C sieden, und mit mindestens einer Leitung (9) zum Abführen eines Stoffstroms, welcher die Verbindungen enthält, die bei mindestens 150 °C sieden, versehen ist, aufweist, wobei die Vorrichtung weiterhin mindestens eine Vakuumdestillationskolonne (10) zur Behandlung des Stoffstroms aufweist, wobei die Kolonne mit mindestens einer Leitung (11) zum Ableiten mindestens einer Ölfraktion versehen ist,
- einen Bereich für die katalytische Entparaffinierung (15) mit einem Katalysator, der mindestens ein hydrierendes/deshydrierendes Element und mindestens ein Molekularsieb, das aus der Gruppe der Zeolithe gewählt ist, welche von Ferrierit, NU-10, EU-13, EU-1, ZSM-48 gebildet wird, umfasst, um mindestens eine Ölfraktion zu behandeln, wobei der Bereich mit mindestens einer Leitung (16) zum Abführen des entparaffinierten Stoffstroms versehen ist,
- einen Hydrofinishing-Bereich (17) zur Behandlung des entparaffinierten Stoffstroms der Leitung (16), wobei der Bereich mit mindestens einer Leitung (18) zum Abführen des Stoffstroms, der ein Hydrofinishing erfahren hat, versehen ist,
- eine Vorrichtung zur abschließenden Trennung, die mindestens ein Mittel zur Gasabtrennung (19), welches mit einer Leitung (18) versehen ist, die den Stoffstrom heranführt, welcher ein Hydrofinishing erfahren hat, wobei das Mittel mit mindestens einer Leitung (20) zur Abführen der Gase versehen ist, mindestens ein Mittel (22) zur Abtrennung der Verbindungen mit einem Siedepunkt von weniger als 150 °C, wobei das Mittel von mindestens einer Leitung (24) zum Ableiten der Fraktion, welche die Verbindungen enthält, die unterhalb von 150 °C sieden, und von mindestens einer Leitung (25) zum Abführen eines Stoffstroms, welcher die Verbindungen enthält, die bei mindestens 150 °C sieden, ist, aufweist, wobei die Vorrichtung weiterhin mindestens eine Vakuumdestillationskolonne (26) zur Behandlung des Stoffstroms aufweist, wobei die Kolonne mit mindestens einer Leitung (28) zum Ableiten mindestens einer Ölfraktion versehen ist.

16. Anlage nach Anspruch 15, wobei es sich bei dem Mittel zur Gasabtrennung (4) (19) um einen Gas-Flüssigkeits-Abscheider handelt.

17. Anlage nach einem der Ansprüche 15 und 16, wobei das Mittel (7) zur Abtrennung der Verbindungen mit einem Siedepunkt von weniger als 150 °C eine Strippvorrichtung ist, und dass der Stoffstrom, der den Strippvorgang erfahren hat und durch die Leitung (9) abgeführt wird, in eine Vakuumdestillationskolonne (10) eingeleitet wird, die mit mindestens einer Leitung (11) zum Abführen mindestens einer Ölfraktion und mindestens einer Leitung (12) zum Ableiten mindestens einer Mitteldestillatsfraktion versehen ist.

18. Anlage nach einem der Ansprüche 15 und 16, wobei es sich bei dem Mittel (22) zur Abtrennung der Verbindungen mit einem Siedepunkt von weniger als 150 °C um eine Normaldruckdestillation handelt, die mit mindestens einer Leitung (23) zum Ableiten mindestens einer Mitteldestillatsfraktion und mit mindestens einer Leitung (24) zum Abführen mindestens einer Benzinfraktion und mit mindestens einer Leitung (25) zum Ableiten des Rückstands versehen ist, wobei dieser in eine Vakuumdestillationkolonne (26) eingeleitet wird, welche mindestens eine Ölfraktion abtrennt, die durch mindestens eine Leitung (28) abgeführt wird.

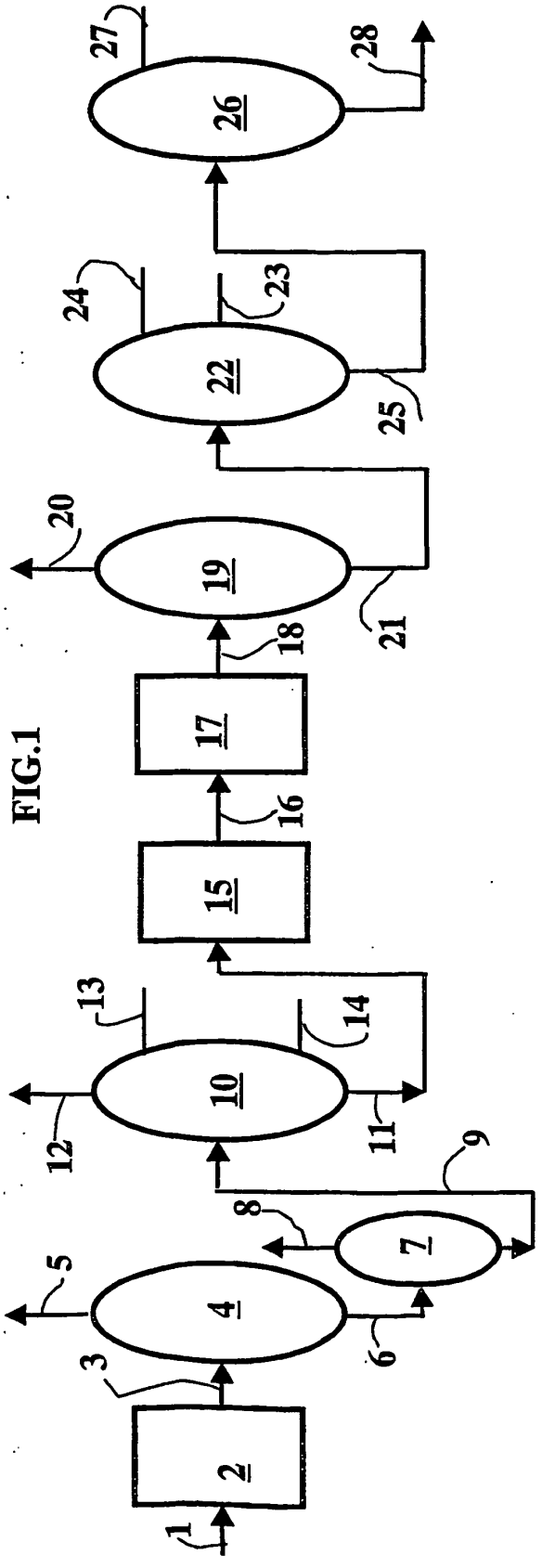

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28

FIG.1

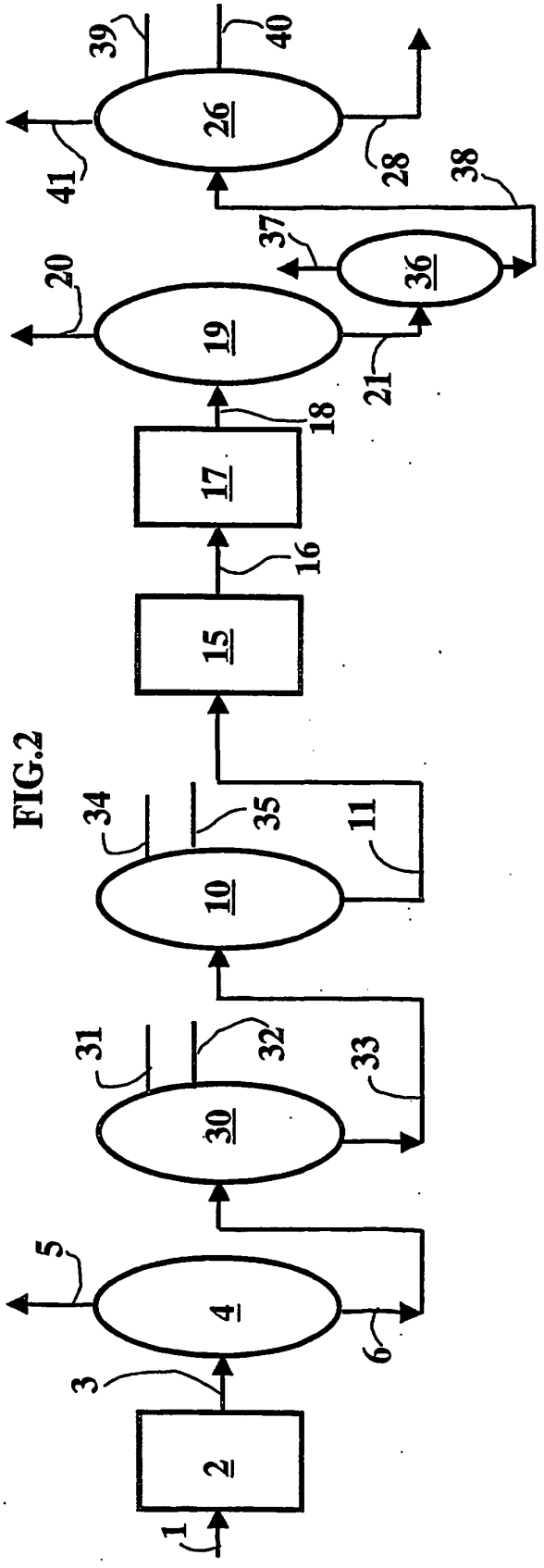

1
2
3
4
5
6
10
11
15
16
17
18
19
20
21
26
28
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41

FIG.2

RÉFÉRENCES CITÉES DANS LA DESCRIPTION

Cette liste de références citées par le demandeur vise uniquement à aider le lecteur et ne fait pas partie du document de brevet européen. Même si le plus grand soin a été accordé à sa conception, des erreurs ou des omissions ne peuvent être exclues et l'OEB décline toute responsabilité à cet égard.

Documents brevets cités dans la description

- US 5976354 A **[0003]**
- US 4699707 A **[0009]**

Littérature non-brevet citée dans la description

- **D.V. Law.** *7th Refinery Technology Meeting de Bombay,* 06 Décembre 1993 **[0005]**